

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

24.04.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年 5月16日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-142146

[ST.10/C]:

[JP 2002-142146]

出 願 人

Applicant(s):

松下電器産業株式会社

REC'D 20 JUN 2003

WIPO

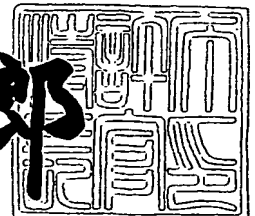
PCT

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 6月 2日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田 信一郎



出証番号 出証特2003-3042057

【書類名】 特許願

【整理番号】 2205040001

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C07B 63/00

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 松下電器産業株式会社内

 【氏名】 南野 哲郎

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 松下電器産業株式会社内

 【氏名】 和泉 陽一

【特許出願人】

 【識別番号】 000005821

 【氏名又は名称】 松下電器産業株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100072431

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 石井 和郎

【選任した代理人】

 【識別番号】 100117972

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 河崎 眞一

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 066936

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0114078

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 金属-樹脂接合部の剥離方法および剥離装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 (1) 金属-樹脂接合部を有する物体と、対極とを、アルカリ液中に浸漬する工程、

(2) 前記接合部の金属部分と、前記対極との間に、前記金属部分の標準電極電位が -2.0 V 以上 -0.6 以下になるように、一定時間にわたり電圧を印加する工程、からなる金属-樹脂接合部の剥離方法。

【請求項 2】 前記接合部の金属部分と、前記対極との間に、前記金属部分の標準電極電位が -1.8 V 以上 -1.0 以下になるように、一定時間にわたり電圧を印加する請求項 1 記載の金属-樹脂接合部の剥離方法。

【請求項 3】 前記アルカリ液が、 0.1 M 以上 15 M 以下の水酸化物イオン濃度を有し、かつ、アルカリ金属カチオンを含む請求項 1 記載の金属-樹脂接合部の剥離方法。

【請求項 4】 前記アルカリ液が、 3 M 以上 7 M 以下の水酸化物イオン濃度を有し、かつ、アルカリ金属カチオンを含む請求項 1 記載の金属-樹脂接合部の剥離方法。

【請求項 5】 前記アルカリ液の温度が 0°C 以上 80°C 以下である請求項 1 記載の金属-樹脂接合部の剥離方法。

【請求項 6】 工程 (2) において、前記接合部に対して、超音波振動をさらに加える請求項 1 記載の金属-樹脂接合部の剥離方法。

【請求項 7】 工程 (2) において、前記接合部に対して、剥離応力をさらに加える請求項 1 記載の金属-樹脂接合部の剥離方法。

【請求項 8】 前記金属部分が、 Al 、 Ti 、 Cr 、 Mn 、 Fe 、 Co 、 Ni 、 Cu 、 Zn 、 Mo 、 Rh 、 Pd 、 Ag 、 Sn 、 Re 、 Os 、 Ir 、 Pt 、 Au 、 Hg および Pb よりなる群から選ばれる 1 種以上からなる請求項 1 記載の金属-樹脂接合部の剥離方法。

【請求項 9】 前記接合部の樹脂部分が、ポリオレフィン、ポリアミド、ポリエステル、ポリアセタール、ポリカーボネート、ポリアリーレンエーテル、ポ

リアリーレンスルフィド、ポリサルホン、ポリエーテルケトン、ポリイミド、含フッ素ポリマー、天然ゴム、フェノール樹脂、ポリウレタン、シリコン樹脂、エポキシ樹脂よりなる群から選ばれる1種以上からなる請求項1記載の金属-樹脂接合部の剥離方法。

【請求項10】 前記接合部が、(i)樹脂材料の金属部品上への塗布、(ii)樹脂材料の金属部品上への射出成形、または(iii)金属と樹脂材料との加硫接合により形成されている請求項1記載の金属-樹脂接合部の剥離方法。

【請求項11】 前記接合部の金属部分と樹脂部分とが、接着剤もしくは接合テープにより接合されており、前記接着剤もしくは接合テープが、酢酸ビニル樹脂、アクリル樹脂、合成ゴム、ニトリルゴム、エポキシ樹脂、シアノアクリレート樹脂およびポリ塩化ビニル樹脂よりなる群から選ばれる1種以上からなる請求項1記載の金属-樹脂接合部の剥離方法。

【請求項12】 (1)金属-樹脂接合部を有する廃品を回収する工程、
(2)前記接合部と、対極とを、アルカリ液中に浸漬する工程、
(3)前記接合部の金属部分と、前記対極との間に、前記金属部分の標準電極電位が -2.0 V 以上 -0.6 以下になるように、一定時間にわたり電圧を印加することにより、前記金属部分から樹脂部分を剥離する工程、
(4)剥離された樹脂部分と、樹脂部分が除かれた前記廃品とを、分別する工程、を有する廃品のリサイクル方法。

【請求項13】 (a)金属-樹脂接合部を有する物体を収納するための耐アルカリ性材料からなる収納部、
(b)前記収納部に含まれるアルカリ液、
(c)前記アルカリ液中に浸漬された対極、
(d) 1.2 V 以上 3.0 V 以下の電圧を発生可能な電源、
(e)前記電源の一方の端子と、前記接合部の金属部分とを、電氣的に接続する接続手段A、ならびに
(f)前記電源の他方の端子と、前記対極とを、電氣的に接続する接続手段B、からなる金属-樹脂接合部の剥離装置。

【請求項14】 前記接続手段Aが、導電性材料からなり、前記導電性材料

の一部が、絶縁酸化物層により被覆されている請求項 1 3 記載の金属－樹脂接合部の剥離装置。

【請求項 1 5】 前記絶縁酸化物層が、絶縁樹脂層で被覆されている請求項 1 4 記載の金属－樹脂接合部の剥離装置。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、金属と樹脂との接合部を有する物体を物理的に破損することなく、前記接合部の金属部分から樹脂部分を剥離する方法および装置に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

近年の技術開発の進展に伴い、強度、機能、安全性、コスト面などから生じる材料に対する要求は、次第に厳しく、かつ、複雑化してきている。このような要求に単一材料で対処するには限界があるため、2 種以上の材料からなる複合材料が採用される機会が増加している。なかでも金属と樹脂との接合部を有する複合材料が多用されている。そのような接合材料として、例えば、金属線を樹脂膜で被覆した電線、金属と樹脂とを一体化した電子機器用基板、金属と金属あるいは金属と樹脂とを接着剤で接合した自動車・飛行機用部品などが挙げられる。

【 0 0 0 3 】

このような技術開発の流れから、特開 2001-316872 号公報では、インサート成形と接着とを両立させた、金属と樹脂との強固な接合部を有する複合材料が提案されている。しかし、このように金属と樹脂との複合化技術が進化する一方で、地球温暖化・ゴミ処理に関する環境問題の観点から、リサイクル技術の確立が強く望まれている。家電リサイクル法が施行されてからは、法的拘束力によるリサイクル技術の促進も図られている。

【 0 0 0 4 】

「混ぜればゴミ、分ければ資源」という標語にもあるように、リサイクルの基本は、材料毎の分別である。種々の構成材料からなる製品は、その材料毎に分解・分別しなければ、リサイクルすることができない。なかでも家電製品は、金属

一樹脂接合部を有する部品を数多く含んでいることから、これらの部品を材料毎に分別する簡易な方法が強く望まれている。

【 0 0 0 5 】

複合材料の分解・分別方法を大別すると、機械的方法、化学的方法、電気化学的方法の3種に分けられる。例えば電線の場合、電線を適当な長さに切断し、金属線から樹脂膜を剥離するという機械的方法が考案されている。電線のように、金属部分と樹脂部分とが、接着剤などで接合されていない場合には、機械的方法により、金属と樹脂とを分別することは比較的容易である。しかし、金属部分と樹脂部分とが強く接合している場合には、機械的方法で両者を分別することは、基本的に不可能である。

【 0 0 0 6 】

そこで、従来は、金属－樹脂接合部を有する複合材料は焼却し、残った灰分から、有価金属を取り出すという方法が採用されている。しかし、この方法では、多くのエネルギーを必要とし、しかも二酸化炭素やダイオキシンを発生するという問題を生じる。

【 0 0 0 7 】

金属－樹脂接合部を有する複合材料を、液体窒素などで凍結し、樹脂を脆化させ、これに衝撃を与えて、樹脂部分を破壊し、金属部分を取り出す方法も知られている（米国特許第4406411号、米国特許第4043019号、米国特許第4020992号）。しかし、この方法は、液体窒素などを必要とするため、分別に要するコストが高くなる上、原理的には、樹脂を完全に金属から剥離することができない。

【 0 0 0 8 】

別の金属－樹脂接合部の剥離方法として、シュレッダーにより、複合材料を粉砕する方法が知られている。粉砕で得られた粒状物質を、遠心分離したり（米国特許第5948276号）、種々の比重の液体に分散させたり（米国特許第5616641号）することによって、材料毎に分別することができる。しかし、シュレッダーによる粉砕で、金属と樹脂とを完全に分離することは困難である。

【 0 0 0 9 】

また、特開平6-166769号公報では、金属と樹脂との複合材料を、加熱した後、

双ローラーで加圧することにより、金属部分から樹脂を押し剥がす方法が提案されている。しかし、この方法では、金属と樹脂との分離は可能であるが、加熱および加圧に多くのエネルギーを要する上、複合材料の破壊を伴うものである。

【 0 0 1 0 】

一方、特開平8-327512号公報は、樹脂膜で被覆されたメッキ鋼板から、電気化学的に樹脂膜を剥離する方法を提案している。この方法は、ヨウ素イオンと無水マレイン酸とを含有するメタノール溶液中に、樹脂膜で被覆されたメッキ鋼板を浸漬して、鋼板表面に施されたメッキ層をアノード溶解させるものである。しかし、この方法は、亜鉛などのメッキ層を選択的に溶解する電位に鋼板を保持することで、鋼板と樹脂膜とを分離するものであるため、対象となる金属が亜鉛メッキ鋼板などに限られてしまい、一般性に欠ける。

【 0 0 1 1 】

また、特開平9-187751号公報は、フェノール樹脂製プリント基板を熱アルカリ液へ浸漬した後、水へ浸漬することにより、前記プリント基板から、銅箔や半田を除去する方法を提案している。しかし、この方法は、複合材料の樹脂部分がアルカリ液に膨潤しやすいフェノール樹脂である場合には有効であるが、他の複合材料には適さない。

【 0 0 1 2 】

【発明が解決しようとする課題】

以上のように、従来の金属－樹脂接合部の剥離方法には、それぞれ欠点があり、しかも概ね金属－樹脂接合部を有する物体の破壊を伴うものである。

そこで、本発明は、金属－樹脂接合部を有する物体の解体・リサイクルにおいて、少ないエネルギー消費で、安価かつ容易に、かつ、少なくとも金属部分を破壊することなく、金属部分から樹脂部分を剥離する方法および装置を提供することを目的とする。

【 0 0 1 3 】

【課題を解決するための手段】

本発明は、（１）金属－樹脂接合部を有する物体と、対極とを、アルカリ液中に浸漬する工程、（２）前記接合部の金属部分と、前記対極との間に、前記金属

部分の標準電極電位が -2.0 V 以上 -0.6 以下になるように、一定時間にわたり電圧を印加する工程、からなる金属-樹脂接合部の剥離方法に関する。

工程(2)では、前記接合部の金属部分の標準電極電位が -1.8 V 以上 -1.0 以下になるように電圧を印加することが好ましい。

【0014】

前記アルカリ液は、 0.1 M 以上 15 M 以下の水酸化物イオン濃度を有し、かつ、アルカリ金属カチオンを含むことが好ましい。

前記アルカリ液が、 3 M 以上 7 M 以下の水酸化物イオン濃度を有し、かつ、アルカリ金属カチオンを含むことが、さらに好ましい。

前記アルカリ液の温度は、 0°C 以上 80°C 以下であることが好ましい。

【0015】

工程(2)においては、前記接合部に対して、さらに超音波振動を加えることが好ましい。

工程(2)においては、また、前記接合部に対して、さらに剥離応力を加えることが好ましい。

【0016】

本発明は、前記接合部が、(i)樹脂材料の金属部品上への塗布、(ii)樹脂材料の金属部品上への射出成形、または(iii)金属と樹脂材料との加硫接合により形成されている場合に有効である。

【0017】

前記接合部の金属部分と樹脂部分とが、接着剤もしくは接合テープにより接合されている場合には、前記接着剤もしくは接合テープは、酢酸ビニル樹脂、アクリル樹脂、合成ゴム、ニトリルゴム、エポキシ樹脂、シアノアクリレート樹脂およびポリ塩化ビニル樹脂よりなる群から選ばれる1種以上からなることが好ましい。

【0018】

本発明は、また、(1)金属-樹脂接合部を有する廃品を回収する工程、(2)前記接合部と、対極とを、アルカリ液中に浸漬する工程、(3)前記接合部の金属部分と、前記対極との間に、前記金属部分の標準電極電位が -2.0 V 以上

ー 0. 6 以下になるように、一定時間にわたり電圧を印加することにより、前記金属部分から樹脂部分を剥離する工程、(4) 剥離された樹脂部分と、樹脂部分が除かれた前記廃品とを、分別する工程、を有する廃品のリサイクル方法に関する。

【 0 0 1 9 】

本発明は、また、(a) 金属－樹脂接合部を有する物体を収納するための耐アルカリ性材料からなる収納部、(b) 前記収納部に含まれるアルカリ液、(c) 前記アルカリ液中に浸漬された対極、(d) 1. 2 V 以上 3. 0 V 以下の電圧を発生可能な電源、(e) 前記電源の一方の端子と、前記接合部の金属部分とを、電氣的に接続する接続手段 A、ならびに (f) 前記電源の他方の端子と、前記対極とを、電氣的に接続する接続手段 B、からなる金属－樹脂接合部の剥離装置に関する。

【 0 0 2 0 】

前記接続手段 A は、導電性材料からなり、前記導電性材料の一部は、絶縁酸化物層により被覆されていることが好ましい。

前記導電性材料は、Fe、Ni、Cu、Ag、Au および Zn よりなる群から選ばれる 1 種以上からなることが好ましい。

【 0 0 2 1 】

前記絶縁酸化物層の比抵抗は、 $10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であることが好ましい。

前記絶縁酸化物層は、Si、B、Mg、Na、K、Al、Ca、Ba、Ti、Y、Cr、Ni および Zr よりなる群から選ばれる 1 種以上を含むことが好ましい。

前記絶縁酸化物層は、絶縁樹脂層で被覆されていることが好ましい。

前記絶縁樹脂層は、ポリオレフィン、ポリエーテル、ポリアセタールおよびポリカーボネートよりなる群から選ばれる 1 種以上からなることが好ましい。

【 0 0 2 2 】

【発明の実施の形態】

本発明によれば、強固な金属－樹脂接合部を有する物体を、アルカリ液に浸漬し、接合部の金属部分に卑電位を印加することで、金属－樹脂接合部界面を容易

に剥離することができる。

アルカリとしては、原理的には、水中で電離して水酸化物イオンを生成するものである限り適用可能であるが、溶解度やコストを考えると、一般的に広く用いられている水酸化ナトリウムや水酸化カリウムを用いることが好ましい。また、金属-樹脂接合部の剥離に要する時間は比較的長くなるが、炭酸カリウム、炭酸ナトリウムなどの炭酸塩も使用が可能である。

【 0 0 2 3 】

本発明の原理を以下に説明する。

アルカリ液中で卑に帯電した金属表面では、電気毛管現象により、アルカリ液の表面張力は低下する。表面張力が低下したアルカリ液は、金属-樹脂接合部界面へ浸入する傾向が強い。また、卑に帯電した金属表面において、アルカリ液/酸素/金属の3相界面が形成されると、酸素の還元反応により、金属表面近傍のアルカリ濃度が上昇し、濃度勾配が生じる。その結果、アルカリ液の金属-樹脂接合部界面への輸送が促進される。そして、金属と樹脂との親和性よりも、金属とアルカリ液との親和性の方が高いため、金属-樹脂接合部界面には、次々とアルカリ液が侵入し、それに伴って界面の剥離が進行していく。本発明の剥離方法は、このような現象を利用している。

【 0 0 2 4 】

金属-樹脂接合部の金属部分に印加する電位の範囲は、電気毛管現象により、アルカリ液の表面張力が十分に低下する範囲である必要がある。かかる観点から、金属部分に印加する電位は、標準電極電位で、 -2.0 V 以上 -0.6 V 以下であることが望ましい。金属部分の標準電極電位が -0.6 V よりも貴になると、電気毛管現象によるアルカリ液の表面張力の低下が小さくなり、金属-樹脂接合部の剥離速度が遅くなる。一方、金属部分の標準電極電位が -2.0 V よりも卑になると、金属表面での水素ガス発生が顕著になり、スケールの大きな工程では安全性等が損なわれる。また、水素ガス発生が激しいと、対極との間に大電流が流れるため、エネルギーの消費量も多くなる。金属-樹脂接合部の金属部分に印加する電位の範囲は、さらに好ましくは、標準電極電位で -1.8 V 以上 -1.0 V 以下である。

【 0 0 2 5 】

本発明では、水の電気分解でエネルギーが消費される他、アルカリ液／酸素／金属の 3 相界面で酸素の還元反応が起こるため、一定の電流は流れるが、基本的には金属部分と対極との間に電流を流す必要はない。また、本発明の剥離方法は、室温で実施可能であり、特に温度を制御する必要はない。以上のことから、本発明の剥離方法は、極めてエネルギーのロスが少ないという特徴を有する。本発明の剥離方法と、金属－樹脂接合部を有する廃品を回収する工程とを組み合わせることで、低コストで簡易な廃品のリサイクル方法確立することができる。

【 0 0 2 6 】

アルカリ液の水酸化物イオン濃度は、0.1 M 以上 15 M 以下 ($M: \text{mol/L}$) の範囲であることが望ましい。水酸化物イオン濃度が 0.1 M 未満では、アルカリ液の表面張力の低下が小さくなり、金属－樹脂接合部の剥離速度が遅くなる。また、水酸化物イオン濃度が 15 M をこえると、アルカリ液の粘度が高くなり、金属－樹脂接合部界面への侵入が遅くなり、剥離速度も遅くなる。アルカリ液の水酸化物イオン濃度は、3 M 以上 7 M 以下の範囲であることが、さらに好ましい。

【 0 0 2 7 】

本発明では、必ずしも金属－樹脂接合部を有する物体全体を、アルカリ液に浸漬させる必要はない。金属－樹脂接合部界面の少なくとも一部がアルカリ液と接触していれば、アルカリ液の這い上がりにより、アルカリ液が接合部界面の全体に広がり、金属－樹脂接合部界面の剥離に至る。この場合、アルカリ液の温度を上昇させる (80℃以下が好ましい) と、アルカリ液の粘度が低下し、速やかに金属－樹脂接合部を剥離することが可能となる。

【 0 0 2 8 】

金属－樹脂接合部の剥離を促進するためには、アルカリ液の温度を上げる他、接合部に超音波振動を与えたり、金属－樹脂接合部に応力を与えながら接合部の金属部分に電位を印加することが有効である。

【 0 0 2 9 】

本発明の剥離方法は、金属－樹脂接合部の金属部分に、還元方向の電位を印加

するので、幅広い金属材料に適用可能である。例えば、金属部分が単体金属からなる場合の他、ステンレス鋼、真鍮などの合金からなる場合にも、本発明の剥離方法が有効である。ただし、金属-樹脂接合部の金属部分が、マグネシウムのように、極端にアルカリ液により腐食されやすい金属からなる場合には、金属の一部がアルカリ液に溶解する場合もある。金属部分が、亜鉛などのように、アルカリ液により腐食を受けるものの、水素発生過電圧が十分に高い金属からなる場合であれば、腐食速度が非常に遅いので、本発明の剥離方法を好ましく適用することができる。

【 0 0 3 0 】

本発明の剥離方法は、金属-樹脂接合部の金属部分が、例えばAl、Ti、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Mo、Rh、Pd、Ag、Sn、Re、Os、Ir、Pt、Au、HgおよびPbよりなる群から選ばれる1種以上からなる場合に有効である。

【 0 0 3 1 】

本発明の剥離方法は、また、金属-樹脂接合部の樹脂部分が、例えばポリオレフィン、ポリアミド、ポリエステル、ポリアセタール、ポリカーボネート、ポリアリーレンエーテル、ポリアリーレンスルフィド、ポリサルホン、ポリエーテルケトン、ポリイミド、含フッ素ポリマー、天然ゴム、フェノール樹脂、ポリウレタン、シリコーン樹脂およびエポキシ樹脂よりなる群から選ばれる1種以上からなる場合に有効である。本発明の剥離方法は、樹脂部分もリサイクルする必要がある、樹脂部分が耐アルカリ性を有する場合に特に適している。

【 0 0 3 2 】

本発明の剥離方法が適用可能な接合部を以下に例示する。

- (i) 接着剤を用いた金属材料と樹脂材料との接合部
- (ii) 両面テープなどを用いた金属材料と樹脂材料との接合部
- (iii) 樹脂材料への金属の無電解メッキにより形成される金属と樹脂との接合部
- (iv) 金属材料への樹脂材料の塗布により形成される金属と樹脂との接合部
- (v) 金属部品上への樹脂材料の射出成形により形成される金属と樹脂との接合部

部

(vi) 接着剤や粘着テープを用いたプライマーや有機メッキなどにより変性させた金属表面と樹脂材料との接合部

(vii) プライマーや有機メッキなどにより変性させた金属表面への樹脂材料の射出成形により形成される金属と樹脂との接合部

【0033】

本発明の剥離方法は、スナップフィット、樹脂の熱かしめ、ネジ止めなどにより、物理的に金属と樹脂とが接合されている場合には、原理的に不適である。ただし、このような場合にも、例えば従来から用いられている機械的な粉碎と、本発明の剥離方法とを組み合わせることで、樹脂と金属との完全な分別を達成することが可能である。

【0034】

次に、金属－樹脂接合部の剥離装置の一例について、図1を参照しながら説明する。

図1の装置は、金属－樹脂接合部を有する物体を収納するための耐アルカリ性材料からなる収納部101、収納部101に含まれるアルカリ液102、アルカリ液102中に浸漬された対極103、電源104、金属－樹脂接合部を有する物体を保持する保持手段105、電源104の一方の端子と金属－樹脂接合部を有する物体の金属部分とを電氣的に接続する接続手段106、ならびに電源104の他方の端子と対極103とを電氣的に接続する接続手段107を有する。

耐アルカリ性材料からなる収納部101には、例えばテトラフルオロエチレン製のビーカーなどが好ましく用いられる。

【0035】

対極103は、アルカリ液102中で、酸化雰囲気曝されるため、腐食を受けやすい。そのため、対極103として使用する電極には、ニッケル材を用いることが望ましい。また、装置の運転中には、金属－樹脂接合部を有する物体からは水素、対極103からは酸素が発生するため、アルカリ液のミストが発生する。従って、装置には、さらに、排気設備、排気から脱アルカリする設備、水素ガス処理装置等を設けることが望ましい。また、装置の運転中に、水の電気分解に

より、アルカリ液 1 0 2 中の水酸化物イオン濃度が変化するため、アルカリ液 1 0 2 の濃度を比重や pH など管理しながら装置を運転することが望ましい。

【 0 0 3 6 】

金属－樹脂接合部を有する物体が十分に大きい場合には、保持手段 1 0 5 として、クリップなどの導電性材料からなる挟持手段を用いることができる。この場合、その挟持手段で物体の金属部分を挟持した状態で、物体の金属－樹脂接合部をアルカリ液 1 0 2 中に浸漬することができる。そして、挟持手段と対極との間に、電圧を印加すればよい。

【 0 0 3 7 】

金属－樹脂接合部を有する物体が小さい場合や、多数の物体を同時に処理する場合には、保持手段 1 0 5 として、図 2 に示す金属ネット 2 0 1 のように、導電性の有孔材料からなる容器を用いることが好ましい。そして、この容器中に金属－樹脂接合部を有する物体を入れ、容器と対極との間に電圧を印加すればよい。また、容器中の金属－樹脂接合部を有する物体を攪拌棒で攪拌することで、一度に多くの物体を金属と樹脂に分別することができる。

【 0 0 3 8 】

装置には、耐アルカリ性材料からなる収納部 1 0 1、アルカリ液 1 0 2、保持手段 1 0 5 などを介して間接的に、または直接的に、金属－樹脂接合部を有する物体に、熱や超音波振動を付与する手段を設けることが好ましい。例えば、超音波振動子を備えた収納部 1 0 1 や保持手段 1 0 5 を用いることが有効である。また、金属－樹脂接合部に対して剥離応力を加える手段を設けることも有効である。

【 0 0 3 9 】

なお、装置は、水銀／酸化水銀電極などの参照電極を備える必要はない。金属－樹脂接合部を有する物体に印加される電位は、その物体の金属部分からの水素発生により確認することができる。すなわち、水素発生が確認できれば、金属－樹脂接合部を有する物体に印加した電位が標準電極電位で $-1.8\text{ V} \sim -1.0\text{ V}$ の範囲内にあると考えられる。ただし、対極と金属－樹脂接合部を有する物体との間に印加される電圧および通電される電流を、モニターで確認しながら、電

位を制御できる装置を用いることが望ましい。

【0040】

電源104には、直流電源を用いることが望ましく、その電源は1.2V以上3.0V以下の電圧を発生可能であることが好ましい。対極と金属-樹脂接合部を有する物体との間に流れる電流値は、装置の大きさ等によっても異なるが、一般の電気メッキなどの設備と比較すると、非常に小さい電流で充分である。

【0041】

保持手段105、接続手段106ならびに接続手段107には、先に述べたように、装置の稼働中にアルカリ液がクリープすると考えられる。アルカリ液が電源に到達すると、電源を損傷する恐れがある。特に、直流電源の負極端子と金属-樹脂接合部の金属部分とを電氣的に接続する手段において、アルカリ液のクリープが顕著である。

【0042】

このようなアルカリ液のクリープを抑制するには、保持手段105および接続手段106の少なくとも一方の少なくとも一部を、絶縁酸化物層で被覆することが有効である。すなわち、保持手段105を構成する導電性材料の少なくとも一部、および/または接続手段106を構成する導電性材料の少なくとも一部を、絶縁酸化物層で被覆する。金属と絶縁酸化物層との接合部は、ガラスライニングやホーロー（琺瑯）のように、金属表面の酸化物層が絶縁酸化物層に溶け込むことにより達成されており、この接合部界面はアルカリ液の侵入を極めて受けにくい。

【0043】

この絶縁酸化物層上では、電気化学的作用によるアルカリ液のクリープ現象が起こらないため、電源がアルカリ液の侵入から保護される。ただし、一般的に、ガラスなどの絶縁酸化物は、アルカリ液に対する耐性がそれほど強くはない。そこで、絶縁酸化物層を保護するための絶縁樹脂層を、絶縁酸化物層上に、さらに設けることが好ましい。絶縁樹脂層に用いられる樹脂としては、耐アルカリ性に優れるもの、例えばポリエチレン、ポリプロピレンなどのポリオレフィン、ポリスチレン、エポキシ樹脂、ポリエーテル、ポリアセタール、ポリカーボネートな

どが好ましい。

【 0 0 4 4 】

【実施例】

以下、実施例に基づいて本発明を具体的に説明する。

《実施例 1》

(i) 試料 1 の作製

厚さ 0. 1 0 m m、縦 5 0 m m、横 3 0 m m の鋼板を準備した。この鋼板の片面に、溶剤に溶解した合成ゴムからなる接着剤（コニシ株式会社製の速乾ボンド G 1 7）を塗布し、その上に縦 5 0 m m、横 3 0 m m、厚さ 2 m m のポリメタクリル酸メチルからなるアクリル板を、鋼板と重ね合うように設置した。こうして、鋼板とアクリル板との接合部を有する 5 個の同様の試料 1 a、1 b・・・1 e を得た。

【 0 0 4 5 】

(ii) 剥離装置の組み立て

まず、テトラフルオロエチレン製の 1 0 0 m l ビーカーを 5 個用意し、それぞれに 0. 0 1 M、0. 1 M、3 M、7 M または 1 5 M の水酸化ナトリウム水溶液を 1 0 0 m l ずつ入れた。これらのビーカーをそれぞれ 2 a、2 b、2 c、2 d および 2 e と称する。各ビーカーには、対極としてのニッケル板（縦 5 0 m m、横 3 0 m m、厚さ 0. 5 m m） および参照電極としての水銀／酸化水銀電極を浸漬した。対極は、アノードとなるように直流電源と銅製の導線で接続した。一方、直流電源のカソード側から伸びる銅製の導線の先端には、ステンレス鋼製のクリップを繋いだ。

カソード側導線のクリップから約 1 c m 離れた部位は、長さ 5 m m、厚さ 0. 2 m m の絶縁酸化物層で覆われており、さらにその上は厚さ 0. 5 m m の絶縁樹脂層で覆われている。ここでは、絶縁酸化物層として、 SiO_2 （3 0 重量%）、 B_2O_3 （2 0. 5 重量%）、 Na_2O （1 5. 0 重量%）および CaF_2 （1 2. 5 重量%）を含むガラスライニングを採用し、絶縁樹脂層として、エポキシ樹脂を採用した。

【 0 0 4 6 】

(iii) 剥離試験

カソード側のクリップで試料 1 a を挟持し、ピーカー 2 a に試料 1 a のほぼ全体を浸漬した。そして、室温下、試料 1 a がカソード、対極がアノードとなるようにして、10 mA の電流が流れるように両者間に電圧を印加した。

【0047】

電流を通電中の装置の様子を図 3 に示す。

ピーカー 301 は、0.01 M の水酸化ナトリウム水溶液 302 でほぼ満たされており、水酸化ナトリウム水溶液 302 には参照電極 310 が浸漬してある。対極 303 は、ほぼ全体が水酸化ナトリウム水溶液 302 に浸漬しており、対極 303 と対面するように、試料 308 もほぼ全体が水酸化ナトリウム水溶液 302 に浸漬している。直流電源 304 の正極端子は対極 303 と導線 307 で接続されており、直流電源 304 の負極端子は試料 308 と導線 306 で接続されている。また、導線 306 には、絶縁酸化物層と絶縁樹脂層で覆われた被覆部分 309 が設けられている。

【0048】

電流を流しはじめてから 30 分ごとに、試料 1 a の鋼板とアクリル板との接合部における剥離の有無を確認しながら、合計 8 時間試験を継続した。また、電流を流しはじめてから 10 分後の試料 1 a の金属部分の標準電極電位を、参照電極を用いて測定した電位と水酸化ナトリウム水溶液の pH から求めた。試料 1 a の剥離確認までの時間と金属部分の標準電極電位の測定結果を表 1 に示す。また、試料 1 b とピーカー 2 b、試料 1 c とピーカー 2 c . . . を用いたこと以外、上記と同様の操作を行い、試料 1 b ~ 1 e の剥離確認までの時間と金属部分の標準電極電位を測定した。結果を表 1 に示す。

【0049】

【表 1】

試料	金属部分の 標準電極電位 (V)	剥離確認までの時間 (h)
1a	- 1.65	> 8
1b	- 1.35	6
1c	- 1.20	5.5
1d	- 1.23	4
1e	- 1.25	7

【0 0 5 0】

表 1 より、試料 1 d に最も早く剥離が見られ、以下、1 c、1 b、1 e の順で早く剥離が見られた。試料 1 a については、8 時間以内に剥離が見られなかった。以上より、アルカリ液の濃度は、0. 1 M 以上 1 5 M 以下が適当であり、3 ～ 7 M 付近が最適であることが明らかになった。

また、試験終了後、各装置の導線 3 0 6 の絶縁酸化物層と絶縁樹脂層で覆われた被覆部分 3 0 9 の近辺を観測したところ、クリップからの距離が 1 c m 未満の導線部分が所々、黒く変色していた。これは、アルカリ液が這い上がった導線部分の空気による酸化が促進され、酸化銅を生成したためと判断できる。一方、ガラスライニングを設けた部分から直流電源の負極端子までの部分には、そのような変色は見られなかった。

【0 0 5 1】

《実施例 2》

次に、試料 1 d の試験装置と同じ装置を 4 組作製した。そして、室温下、試料と対極との間に通電させる電流値を変化させて、剥離に要する時間の変化を調べた。結果を試料の金属部分の標準電極電位とともに表 2 に示す。

【0 0 5 2】

【表 2】

電流値 (mA)	金属部分の 標準電極電位 (V)	剥離確認までの時間 (h)
1	-1.10	6
10	-1.23	4
100	-1.37	3.5
500	-1.61	3.5
800	-1.81	3.5
1000	-1.94	3.5

【0053】

電流値 1 mA では、試験開始直後は試料の金属部分の表面に水素発生がかるうじて確認できる程度であったが、試験開始から 6 時間後にはアクリル板と鋼板との剥離が確認された。電流値を 10 mA、100 mA と増加させるに従い、剥離に要する時間も短縮されたが、500 mA 以上の電流を通電させても、剥離に要する時間は 100 mA を通電させたときと変化がなかった。さらに、1000 mA の電流を通電させると、気泡の発生が激しく、アルカリ液の飛散が起こった。これらの実験結果から、通電させる電流値は、1～800 mA が適当であると考えられる。また、そのときの試料の金属部分の標準電極電位は、-1.8～-1.0 V 付近である。通電させる電流値は、剥離させる試料の大きさに依存するため、試料の金属部分の電位が標準電極電位で -1.8～-1.0 V になるような電流値を設定することが最適であると考えられる。

【0054】

以上の結果から、本発明のように、金属-樹脂接合部を有する物体の金属部分と対極間に、金属部分の電位が標準電極電位で -2.0 V～-0.6 V、さらに好ましくは -1.8 V～-1.0 V になるように電位を印加することで、簡単に金属-樹脂部を剥離できることが明らかになった。

【0055】

《実施例 3》

試料 1 d の試験装置と同じ装置を 5 組作製した。そして、ピーカーを種々の温度の湯浴に浸漬して、種々の温度の水酸化ナトリウム水溶液中で、試料の金属-

樹脂接合部の剥離試験を行った。金属-樹脂接合部の金属部分と対極との間に通電する電流値は10mAとした。

【0056】

3つの試料については、それぞれ湯浴温度を25℃、45℃および65℃に設定して、実施例1と同様の剥離試験を行った。

1つの試料については、ビーカーを、25℃の水を満たした超音波洗浄機（40kHz、出力200W）に浸漬して、実施例1と同様の剥離試験を行った。

【0057】

残りの1つの試料は、以下のように加工した。その上面図を図4に示す。また、図4におけるI-I線断面図を図5に示す。

まず、試料の鋼板401に、同じく鋼板からなる耳部402を設けた。次いで、アクリル板503の鋼板401との接合部に対して反対側の面に、溶剤に溶かした合成ゴムからなる接着剤（コニシ株式会社製の速乾ボンドG17）を塗布し、そこへ約200gの銅片504を接合した。

【0058】

次に、試験装置を図6のようにアレンジした。

まず、試料に設けた耳部402を装置のクリップ605で挟み、クリップ605には約100gの分銅606を、2つの滑車607、608をわたして糸で繋いだ。この試料を図6に示すように水酸化ナトリウム水溶液302中に浸漬した。また、ビーカー301は、25℃の湯浴に浸漬した。この装置を用いて、分銅606と銅片504にかかる重力により、金属-樹脂接合部に剥離応力を印加しながら、対極303と鋼板401との間に10mAの電流を通電させて実施例1と同様の剥離試験を行った。

各試験での剥離確認までの時間と金属部分の標準電極電位の測定結果を表3に示す。

【0059】

【表 3】

湯浴温度 (℃)	付帯条件	金属部分の 標準電極電位 (V)	剥離確認までの時間 (h)
25	—	-1.23	4
45	—	-1.21	3.5
65	—	-1.16	2.5
25	超音波印加	-1.23	2.5
25	応力印加	-1.25	3

【0060】

表3の結果より、湯浴温度の上昇とともに、金属-樹脂接合部の剥離に要する時間の短縮が確認された。また、温度上昇と同様の剥離を促進する効果が、超音波振動の印加または金属-樹脂接合部への剥離応力の印加により得られることが明らかとなった。

【0061】

《実施例4》

アルミニウム、チタン、クロム、マンガン、鉄、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、モリブデン、ロジウム、パラジウム、銀、レニウム、オスミウム、イリジウム、白金、金、錫、鉛および水銀アマルガム（虫歯治療用、Ag：35重量%、Sn：15重量%、Hg：50重量%）よりなるワイヤー（直径0.5mm、長さ50mm）を用意した。

これらのワイヤーに、図7に示すように、表面に長さ40mmにわたってワニスチューブ用ワニス702を塗布した。ここで、ワニスには、ポリエステル樹脂をスチレンで希釈したものをを用いた。このとき、ワイヤーの上端部10mmと底部断面は、金属が剥き出しになるようにした。

【0062】

ワニスで被覆したワイヤーを試料に用いたこと以外、実施例1と同様の装置を用いて、実施例1とほぼ同様の剥離試験を行った。ここでは、ワニスで被覆したワイヤーとニッケル板とを、それぞれ50mlの水酸化ナトリウム水溶液（6M）を入れたテトラフルオロエチレン製の100mlビーカーに浸漬し、ワイヤー上端部とニッケル板との間に、ワイヤーがカソードとなるように2mAの電流を

通電した。そして、ワイヤーの標準電極電位と、ワイヤーからワニスが剥離するのに要した時間とを求めた。結果を表4に示す。

【0063】

【表4】

金属ワイヤ	金属部分の 標準電極電位 (V)	剥離確認までの時間 (h)
アルミニウム	-1.57	<0.5
チタン	-1.38	2
クロム	-1.32	2
マンガン	-1.32	2
鉄	-1.33	1.5
コバルト	-1.33	1.5
ニッケル	-1.32	1.5
銅	-1.32	2
亜鉛	-1.38	1.5
モリブデン	-1.35	2
ロジウム	-1.31	2.5
パラジウム	-1.31	2.5
銀	-1.38	2
レニウム	-1.31	2
オスミウム	-1.31	2.5
イリジウム	-1.31	2
白金	-1.31	2
金	-1.32	1.5
錫	-1.37	1.5
鉛	-1.40	1.5
アマルガム	-1.41	2.5

【0064】

いずれの金属ワイヤーからも、試験開始後1.5時間から2.5時間の間にワニスの剥離・脱落が確認された。また、アルミニウムを除くすべての金属の表面の、酸化や溶出は確認されず、基本的にはワニスで被覆する前と比較して変化が見られなかった。アルミニウムからなるワイヤーのみ、ワニスの脱落は確認されたものの、アルミニウムの溶解が確認された。

【 0 0 6 5 】

《実施例 5》

アクリル板の代わりにポリ塩化ビニル製の板を用い、溶剤に溶解した合成ゴムからなる接着剤（コニシ株式会社製の速乾ボンド G 1 7）の代わりに表 5 に示した種々の接着剤を用いて試料を作製したこと以外、実施例 1 の試料 1 d の試験装置と同じ装置を組み立てた。そして、実施例 1 と同様に、対極と鋼板との間に、対極がアノードとなるようにして 1 0 m A の電流を通電して、金属－樹脂接合部の剥離試験を行った。接着剤種とその主成分、試料の金属部分の標準電極電位および剥離に要した時間を表 5 に示す。

【 0 0 6 6 】

【表 5】

接着剤	接着剤の主成分	金属部分の 標準電極電位 (V)	剥離確認 までの時間 (h)
コニシ（株）製 木工用ボンド	ポリ酢酸ビニル エマルジョン	- 1.21	1
コニシ（株）製 速乾ボンド G17	合成ゴム	- 1.23	3.5
コニシ（株）製 G103	ニトリルゴム	- 1.22	1.5
チバガイキ-社製 アラダイト	エポキシ樹脂	- 1.24	3
コニシ（株）製 アロンアルファ-	ポリシアノアクリレート	- 1.25	3.5
セメンタイン社製 スーパ- X エキセリシグマ (ビニール用)	ポリ塩化ビニル	- 1.24	4

【 0 0 6 7 】

いずれの接着剤を用いた場合も、試験開始後4時間以内に、金属と接着剤との界面での剥離が確認された。

【0068】

《実施例6》

次に、以下に示す種々の金属-樹脂接合部を有する物体について、剥離試験を行った。

(i) 試料A

溶剤に溶解した合成ゴムからなる接着剤（コニシ株式会社製の速乾ボンドG17）の代わりに、アクリル系両面テープ（住友スリーエム株式会社製の工業用テープY-4950）を用いたこと以外、実施例1と同様の試料Aを作製した。

(ii) 廃車となった自動車のドアから、縦50mm、横30mmの長方形状に、エポキシ樹脂が塗装された亜鉛メッキ鋼板を切り出し、その一部を金属やすりで削って金属面を剥離させて、試料Bとした。

【0069】

(iii) 特開2001-316872号公報に開示されている技術を用いて、縦50mm、横30mm、厚さ1.5mmの真鍮の片面に、トリアジンチオール重合体を付与した。さらにこのトリアジンチオール重合体表面に、ポリフェニレンスルフィドを射出成形して、真鍮とポリフェニレンスルフィドとの複合試料Cを作製した。

(iv) 紙フェノール（フェノール樹脂を含浸させたクラフト紙）からなり片面に銅箔のパターンが形成されているプリント基板を縦50mm、横30mmに切断し、試料Dとした。

【0070】

試料A～Dを用いたこと以外、実施例1と同様に、対極と鋼板との間に、対極がアノードとなるようにして10mAの電流を通電して、金属-樹脂接合部の剥離試験を行った。このとき試料A～Dおよび対極ともに、ほぼ全体が水酸化ナトリウム水溶液に浸漬されていた。試料の構成材料、試料の金属部分の標準電極電位および剥離に要した時間を表6に示す。

【0071】

【表 6】

試料	金属	樹脂	金属部分の 標準電極電位 (V)	剥離確認まで の時間 (h)
A	鋼	アクリル樹脂材料	-1.24	3
B	亜鉛メッキ鋼	変性エポキシ樹脂	-1.56	5
C	真鍮	トリアジンチオール重合体	-1.23	4.5
D	銅	フェノール樹脂	-1.42	2

【0072】

結果的には試料 A～D の全てにおいて、金属部分と樹脂部分との剥離が認められた。また、剥離は金属と樹脂との接合界面から起こっていた。試料 B は、樹脂部分が非常に薄いため、試料と対極との間に通電している間に金属部分から樹脂部分が脱離しながら剥離しているのが確認され、結果として樹脂部分は細かい破片となった。

以上の結果より、本発明によれば種々の金属-樹脂接合部を有する物体の金属-樹脂接合部を、容易に剥離・分別できることが示された。

【0073】

【発明の効果】

本発明によれば、金属-樹脂接合部を有する物体において、前記接合部を、大量のエネルギーを必要とせず、安価で容易に剥離することが可能である。これにより、金属-樹脂接合部を有する物体を容易に材料毎に分別できるようになり、材料のリサイクルが容易となる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の剥離装置の一例の模式図である。

【図 2】

金属-樹脂接合部を有する物体の保持手段の一例を示す図である。

【図 3】

本発明の実施例 1 における剥離装置の模式図である。

【図 4】

本発明の実施例 3 における試料の一つの上面図である。

【図 5】

図 4 の I - I 線断面図である。

【図 6】

本発明の実施例 3 における剥離装置の一つの模式図である。

【図 7】

本発明の実施例 4 におけるワニスで被覆したワイヤーからなる試料の斜視図である。

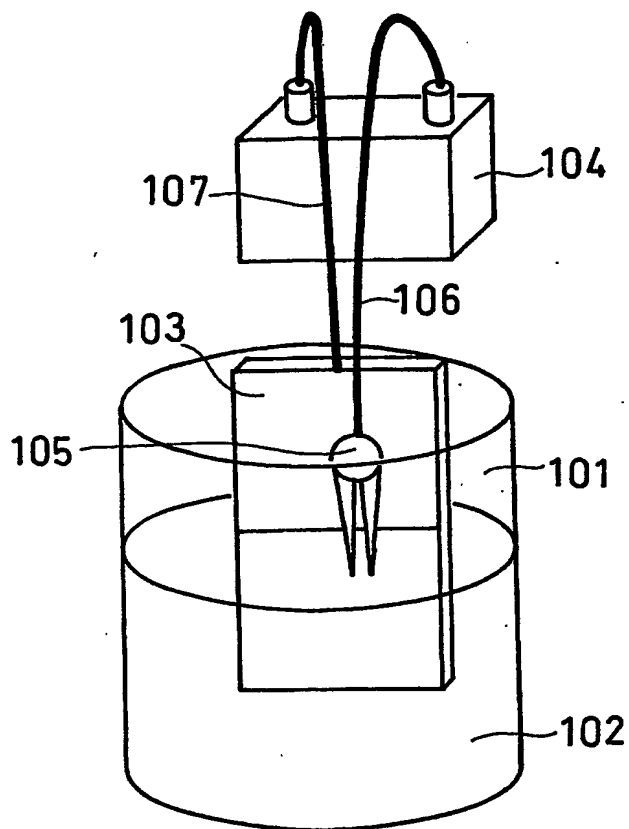
【符号の説明】

- 1 0 1 金属-樹脂接合部を有する物体の収納部
- 1 0 2 アルカリ液
- 1 0 3 対極
- 1 0 4 電源
- 1 0 5 金属-樹脂接合部を有する物体を保持する保持手段
- 1 0 6 金属-樹脂接合部を有する物体の金属部分と電源の一方の端子とを接続する接続手段
- 1 0 7 対極と電源の他方の端子とを接続する接続手段
- 2 0 1 金属ネット
- 3 0 1 ビーカー
- 3 0 2 水酸化ナトリウム水溶液
- 3 0 3 対極
- 3 0 4 直流電源
- 3 0 6 直流電源の負極端子と試料とを接続する導線
- 3 0 7 直流電源の正極端子と対極とを接続する導線
- 3 0 8 試料
- 3 0 9 導線の被覆部分
- 3 1 0 参照電極
- 4 0 1 鋼板
- 4 0 2 耳部

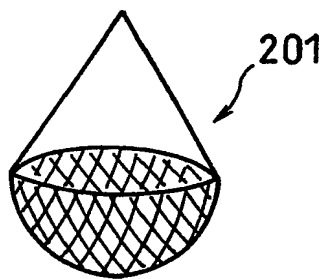
- 5 0 3 アクリル板
- 5 0 4 銅片
- 6 0 5 クリップ
- 6 0 6 分銅
- 6 0 7 滑車
- 6 0 8 滑車
- 7 0 1 ワイヤーの上端部
- 7 0 2 ワニス

【書類名】 図面

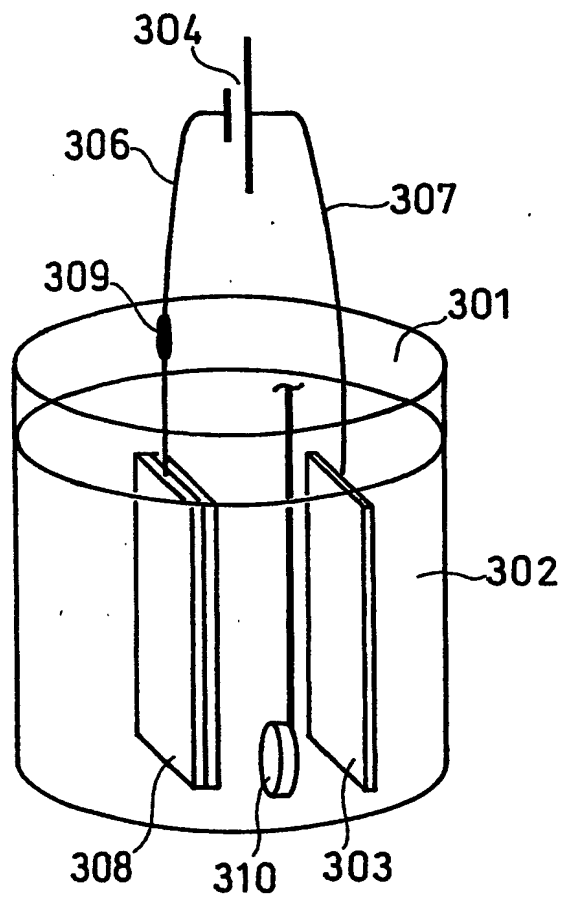
【図 1】



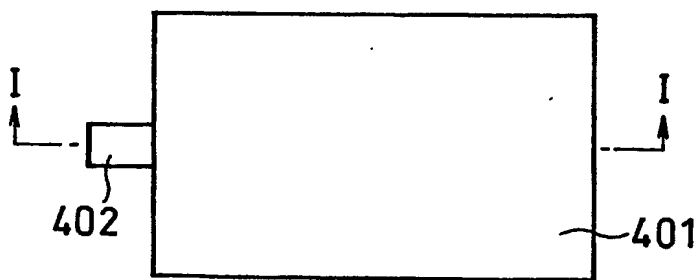
【図 2】



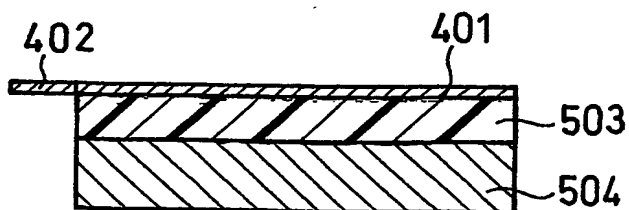
【図3】



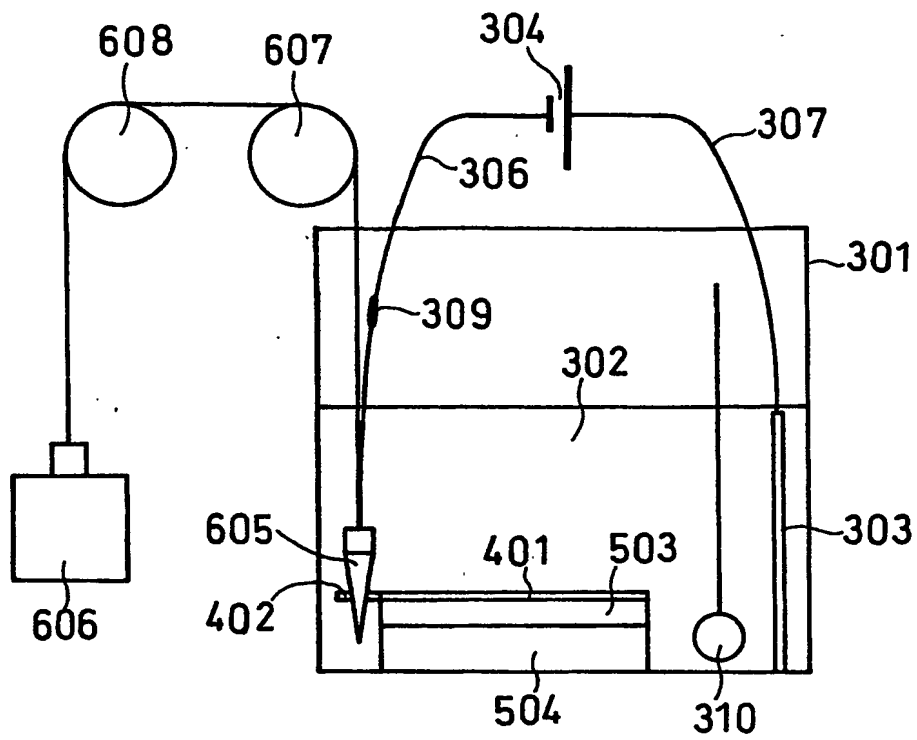
【図4】



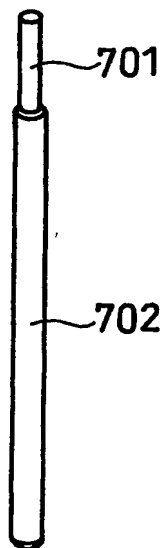
【図5】



【図 6】



【図 7】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 金属-樹脂接合部を有する物体の解体・リサイクルにおいて、少ないエネルギー消費で、安価かつ容易に、かつ、少なくとも金属部分を破壊することなく、金属部分から樹脂部分を剥離する方法および装置を提供することを目的とする。

【解決手段】 (1) 金属-樹脂接合部を有する物体と、対極とを、アルカリ液中に浸漬する工程、(2) 前記接合部の金属部分と、前記対極との間に、前記金属部分の標準電極電位が -2.0 V 以上 -0.6 以下になるように、一定時間にわたり電圧を印加する工程、からなる金属-樹脂接合部の剥離方法。

【選択図】 図 1

特2002-142146

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-142146
受付番号	50200706197
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成14年 5月17日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 5月16日
-------	-------------

次頁無

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005821]

1. 変更年月日	1990年 8月28日
[変更理由]	新規登録
住 所	大阪府門真市大字門真1006番地
氏 名	松下電器産業株式会社